



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 93115916.4

[43]公开日 1995 年 7 月 12 日

[51]Int.Cl⁶

C01B 15/043

[22]申请日 93.11.18

[71]申请人 董国兴

地址 116001 辽宁省大连市中山区独立街2号

[72]发明人 董国兴 张 莉 华秀芳

[74]专利代理机构 大连海事大学专利事务所

代理人 郭 梅

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 新型过氧化钙粉末及其制作方法

[57]摘要

一种 OG 粉末, 其特征在于它由 H_2O_2 和 $Ca(OH)_2$ 以摩尔比 (1.2~1.25):1 而生成。其制作方法在于将此比例的 H_2O_2 配成 15% 的水溶液, 与 $Ca(OH)_2$ 混合而进行反应过滤干燥而得; 或者将计量的 H_2O_2 中的 1~2% 配成 5% 的水溶液, 其余配成 10~15% 的 H_2O_2 水溶液, 将此 10~15% 的 H_2O_2 水溶液与 $Ca(OH)_2$ 反应过滤, 所得的滤饼用 5% 的 H_2O_2 水溶液冲洗, 将所得的滤饼干燥即为成品。本品的效果在于: ①纯度高, 稳性好, 便于存放; ②制作方便、原料普遍、成本低, 适于工业化生产。

(BJ)第 1456 号

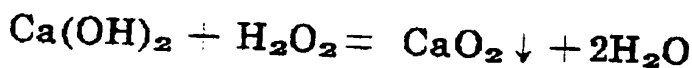
权 利 要 求 书

1、一种 CaO_2 粉末,其特征在于它的原料组份为过氧化氢(H_2O_2)和氢氧化钙($\text{Ca}(\text{OH})_2$),其摩尔比 $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Ca}(\text{OH})_2=(1.2\sim1.25):1$ 。

2、一种 CaO_2 粉末的制作方法,其特征在于其步骤为:

① 取如权利要求1所述比例的 H_2O_2 和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,其中将 H_2O_2 分为两份:一份为总量的1~2%,配制成浓度为5%的水溶液置于反应器1中;另一份为总量的98~99%,配制成10~15%的水溶液置于反应器2中; $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 为粉末;

② 将反应器2中的 H_2O_2 水溶液搅拌分次倒入 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 粉末,即开始反应:



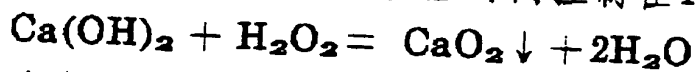
在反应过程中放热,保证反应在 $35\pm 2^\circ\text{C}$ 的温度下进行,反应混合时间在15~20分钟内进行完毕;此反应器2中为淡黄色的悬浊液;

③ 在反应后30分钟内经真空过滤成滤饼后,迅速用预先配制于反应器1中的5%的 H_2O_2 水溶液冲洗之,此时亦有反应放热,用 H_2O_2 水溶液的冲洗速率来控制温度,使温度 $t\leq 35\pm 2^\circ\text{C}$,再抽干,得淡黄色滤饼;

④ 将此淡黄色滤饼置于干净滤布上,把滤饼破成小于5mm小块,均匀分布放入真空干燥器中,干燥温度 $t=60\pm 1^\circ\text{C}$,时间小于8hr至恒重,得干燥的淡黄色粉末—— CaO_2 粉末。

3、如权利要求2所述 CaO_2 粉末制作方法,其特征在于生产过程亦可为:

取如权利要求1所述比例的 H_2O_2 和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,并将 H_2O_2 配制成10~15%的水溶液置于反应器中,然后均匀倒入 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 粉末并搅拌,控制反应温度在 $35\pm 2^\circ\text{C}$,反应时间控制在10分钟内完成:



随即真空抽滤干燥得淡黄色粉末—— CaO_2 粉末。

新型过氧化钙粉末及其制作方法

本发明涉及OG粉末及其制法(本发明中所说的OG粉末是一种新型 CaO_2 粉末),特别是一种含量高、稳性好的新型高纯度 CaO_2 的成品及其制作方法。

现有的过氧比钙(CaO_2)产品,其含量基本上小于50~60%。国内的产品在40%左右比较稳定,不易分解,而含量一旦超过60%,其稳性就差,容易分解。国外的产品也没有含量超过70%且稳定的 CaO_2 成品。

本发明的目的在于提供一种纯度大于70%且成份稳定的过氧化钙(CaO_2)产品——OG粉末及其制作方法。

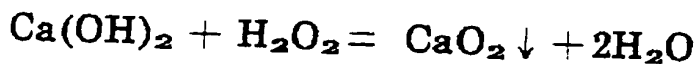
本发明的技术方案在于:

一种OG粉末,其特征在于它的原料组份为过氧化氢(H_2O_2)和氢氧化钙($\text{Ca}(\text{OH})_2$),其摩尔比:

$$\text{H}_2\text{O}_2:\text{Ca}(\text{OH})_2 = (1.2\sim 1.25):1。$$

一种OG粉末的制作方法,其特征在于其步骤为:①取上述比例的 H_2O_2 和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,摩尔比 $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Ca}(\text{OH})_2 = (1.2\sim 1.25):1$,其中将 H_2O_2 分为两份:一份为 H_2O_2 总量的1~2%,配制成浓度为5%的 H_2O_2 水溶液置于反应器(1)中;另一份为 H_2O_2 总量的98~99%,配制成10~15%的 H_2O_2 水溶液置于反应器(2)中; $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 为粉末;

②将反应器2中的 H_2O_2 水溶液搅拌,再分次倒入计量的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 粉末,即开始反应。



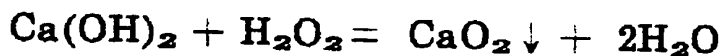
在反应过程中有放热现象，控制反应温度在 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ ，反应混合时间在 15~20 分钟内进行完毕，成淡黄色悬浊液；

③ 反应完毕 30 分钟内，悬浊液经真空过滤成滤饼后，迅速用预先配制的反应器 1 中的 5% 的 H_2O_2 水溶液冲洗，此时亦有放热反应，用 H_2O_2 水溶液的冲洗速率来控制温度在小于 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ ，再抽干水溶液，又得淡黄色滤饼；

④ 将此淡黄色滤饼置于干净滤布上，破成小于 5mm 的小块，均匀分布放入真空干燥器中，干燥温度为 $60 \pm 1^\circ\text{C}$ ，时间在 8 个小时内至恒重，即得干燥的淡黄色粉末 —— OG 粉末。

OG 粉末的另一制作方法为：

取摩尔比 $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Ca}(\text{OH})_2 = (1.2 \sim 1.25):1$ ，其中将 H_2O_2 配制成 10~15% 的水溶液置于反应器中；然后均匀倒入 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 粉末并搅拌，控制反应温度在 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ 以下，反应时间控制在 10 分钟内完成：



随即真空抽滤干燥得淡黄色粉末 —— OG 粉末。

本发明的效果在于：① 由于本发明的产品，其纯度高、稳定性好，故其存放便利，且适用面极广，适于使用 CaO_2 作原料的应用领域，如：农业的土壤改良、拌种催芽、蔬菜、香菇的栽培等，养殖业的鱼虾防病、治病、供氧及鱼塘底质改良，潜水用或煤矿工人用呼吸器药剂的制备等；② 由于本发明的产品其制作方法是在常压下进行，制作极为方便，适于工业化生产；③ 由于本发明所采用的原料十分普遍，故其成本低，不高于市售的（含 CaO_2 50~55%）的过氧化钙产

品；④由于本产品稳定性好，在常温下密闭保存，其有效氧损失率小于5%/年。

实例1：化学纯试剂过氧化氢水溶液($\text{H}_2\text{O}_2=33\%$)117ml，用去离子水117ml稀释后置于玻璃反应搅拌器中，搅拌下将化学纯氢氧化钙试剂(过100目筛)均匀倒入反应器中，即发生反应，反应迅速，并放热，搅拌勿使粉末沉于器底，投入蒸馏水制成的小冰块控制反应温度 $t=35\pm 2^\circ\text{C}$ ，反应搅拌在5分钟内完成，随即真空抽滤得淡黄色滤饼，于 $60\pm 1^\circ\text{C}$ ，真空度0.08MPa下干燥至恒重，无水汽凝于干燥器玻璃屏上为止，得到淡黄色轻质粉末70.8g(重复试验71.1g, 70.5g, 70.9g)用高锰酸钾法滴定测得 CaO_2 含量74.1%(重复实验为71.4%, 73.0%, 72.8%)。

实例2：工业过氧化氢水溶液($\text{H}_2\text{O}_2=30.3\%$)120ml，用120ml自来水稀释置于玻璃搅拌反应器中，搅拌下在五分钟内将74g化学纯的氢氧化钙试剂(过100目筛)均匀倒入反应搅拌器中，重复实例1的操作步骤，重复实验得到干燥、淡黄轻质粉末70.9~72.4g，分析得到 CaO_2 含量70~73%。

实例3：工业过氧化氢水溶液($\text{H}_2\text{O}_2=30\%$)120ml，用120ml自来水稀释后置于玻璃搅拌反应器中，搅拌下于五分钟将内将74g药用工业氢氧化钙(大连袋白灰厂为制药厂生产者)($\text{Ca}(\text{OH})_2\geq 99\%$)均匀加入反应搅拌器中，重复实例1、实例2相同步骤，得到干燥淡黄色轻质粉末71~73g，分析测 CaO_2 含量在70.2%~71.9%。

实例4：工业过氧化氢水溶液1710ml(H_2O_2 含量28.8%)用1700ml

自来水稀释，置于玻璃搅拌反应器中，搅拌下20分钟内将900g工业氢氧化钙 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (含量同实例3) 粉末均匀倒入过氧化氢水溶液中，加自来水制得的冰块严格控制反应温度在 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ ，反应毕即真空过滤，半小时内滤完，即用5%的工业过氧化氢水溶液冲洗过滤滤饼 ($t \leq 40^\circ\text{C}$)，得淡黄色滤饼，在鼓风干燥箱中于 $60 \pm 1^\circ\text{C}$ 下鼓风干燥八小时，得干燥浅黄色轻质粉末 875~903g，检验得 CaO_2 含量 72.2~70.3%。